

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **59-204625**

(43)Date of publication of application : **20.11.1984**

| | | |
|-------------|-------------|--------------|
| (51)Int.Cl. | C08J | 7/04 |
| | B32B | 9/00 |
| | C23C | 15/00 |
| | H01B | 5/14 |

(21)Application number : **58-079110**

(71)Applicant : **DAICEL CHEM IND LTD**

(22)Date of filing : **06.05.1983**

(72)Inventor : **KOTANI KAZUMI**

(54) MANUFACTURE OF TRANSPARENT ELECTRICALLY CONDUCTIVE FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a transparent electrically conductive film having a uniform low resistance and high light transmittance, by carrying out sputtering with indium oxide containing a tetra- or polyvalent metallic oxide in a specific proportion as a target.

CONSTITUTION: An inert gas is injected into a vacuum system, preferably under $\leq 10^{-6}$ Torr vacuum degree, and sputtering is carried out on an organic high polymer, preferably a polyethylene terephthalate film, with indium oxide containing 2W15wt% tetra- or polyvalent metallic oxide, preferably tin oxide, titanium oxide, tungsten oxide or molybdenum oxide, optimally at 300W600Å/min speed to give the aimed electrically conductive film.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—204625

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和59年(1984)11月20日

C 08 J 7/04

1 0 4

7446—4F

B 32 B 9/00

2121—4F

C 23 C 15/00

7537—4K

H 01 B 5/14

A 8222—5E

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 透明導電性フィルムの製造方法

姫路市網干区新在家940

⑯ 特 願 昭58—79110

⑰ 出 願 人 ダイセル化学工業株式会社

⑱ 出 願 昭58(1983)5月6日

堺市鉄砲町1番地

⑲ 発 明 者 子谷一実

⑳ 代 理 人 弁理士 古谷馨

明 細 書

1. 発明の名称

透明導電性フィルムの製造方法

2. 特許請求の範囲

1 有機高分子物質上に薄膜を形成して透明導電性フィルムを製造する方法において、四価以上の金属酸化物を2～15重量%配合添加せしめた酸化インジウムをターゲットとして用いてスパッタリングすることを特徴とする透明導電性フィルムの製造方法。

2 四価以上の金属酸化物が酸化スズ、酸化チタン、酸化タンタム、酸化モリブデンからなる群より選択されたものである特許請求の範囲第1項記載の透明導電性フィルムの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は透明導電性フィルムの製造方法に関し、特に酸化インジウムを主成分とするターゲットを用いてスパッタリングすることを特徴とする透明導電性フィルムの製造方法に関するも

のである。

ネサガラスに代表される酸化インジウム系の導電膜は、一般に可視域の光の透過率が高く、かつ低い電気抵抗を示すという特有の性質を有し、各種の分野においてその利用が期待されている。しかしながら酸化インジウム系の導電膜の抵抗値は製作条件によりロット内あるいはロット間で大きなバラツキを示すことが多く、かつその場合に表面抵抗が高い値を示すようになることが多い。従つて一定の低い表面抵抗を有する膜を再現性よく製作することは困難であり、その工業的製造法は未だ確立される迄には至っていない。他方、膜抵抗のできるだけ安定化及び再現性を図るために、従来から薄膜形成のプロセス中においては300℃以上の温度での基板加熱が要求されるのが通常である。このようなことから、従来有機高分子フィルム上を薄膜化して透明導電性フィルムを作成することは極めて困難であつた。また、従来は膜の透明化及び低抵抗化を図るために、薄膜形成後プラズマ

酸化や熱酸化などの後処理を行うことが必要とされ、薄膜形成自体の困難性に加えて工程の複雑さ、煩雑さといった欠点も存していた。そこで本発明者は鋭意研究を重ねた結果、酸化インジウムに他の金属酸化物を添加し、スパッタリング法を用いて薄膜化を行うことが有効であることを見出し本発明を得たのである。

即ち本発明は、有機高分子物質上に薄膜を形成して透明導電性フィルムを製造する方法において、四価以上の金属酸化物を2～15重量%配合添加せしめた酸化インジウムをターゲットとして用いてスパッタリングすることを特徴とする透明導電性フィルムの製造方法である。以下詳細に説明する。

本発明において用いられるスパッタリングとは、高いエネルギーを持つ原子を固体に衝突させた時に固体を形成する原子が表面から飛び出す原理を応用して、飛び出した原子をある物質の表面に堆積させて薄膜を作成するものである。通常は高真空の密閉容器内に電極を入れ、アル

特開昭59-204625 (2)

ゴンガスを注入して電圧をかけて電界を作り、電離したアルゴンの陽イオンを電界によつて加速してターゲット（陰極）に衝突させてターゲット金属を陽極付近に置いた物質上に堆積させることによつて行われる。

本発明によれば、四価以上の金属酸化物を配合添加せしめた酸化インジウムがスパッタリングのターゲットとして用いられ、これによつて有機高分子物質上に薄膜を形成する。ここで四価以上の金属酸化物とは、酸化スズ、酸化チタン、酸化タングステン、酸化モリブデンなどである。またかかる金属酸化物の添加量は2～15重量%である。これ以外の範囲で用いた場合は膜の透明性及び導電性が低下するので好ましくない。

本発明によれば、有機高分子物質上に薄膜を形成して導電性フィルムを製造するが、ここで有機高分子物質としては、フィルムに形成できる有機高分子物質ならばすべて使用可能である。しかし透明の導電性フィルムを製造するという

見地から、特に透明のフィルムとして形成しうる有機高分子物質が好ましく用いられる。そのフィルムとしての例を挙げれば、ポリエチレンテレフタレートフィルム、アセテートフィルム、塩化ビニルフィルム、ポリスルホンフィルム等である。

本発明を実施するにあつては、四価以上の金属酸化物を所定量配合添加した酸化インジウムをターゲットとして作成して真空系内に配置せしめるが、この場合真空系内は 10^{-6} Torr以下の真空度にするのが好ましい。その後アルゴン等の不活性ガスを注入し、 $10^{-2} \sim 10^{-3}$ Torrの真空度でスパッタリングを行つて薄膜化せしめる。このとき、被スパッタリング物すなわち有機高分子フィルムのホルダー（基板）は水冷しておくことが好ましく、印加電圧によつて成膜速度をコントロールしながら薄膜化を行うものである。なお、成膜速度は広範囲にわたつて適用できるが、特に好ましくは $500 \sim 600 \text{ \AA/min}$ の範囲で適用される。

実施例 1

酸化インジウム98重量%、酸化スズ2重量%からなるターゲットを作成し、真空系内を十分に排気した後アルゴンガスを $10^{-2} \sim 10^{-3}$ Torrまで注入する。ターゲットから5 cm離れた位置に基板ホルダー部を設置して水冷し、その上に厚さ125 μ のポリエチレンテレフタレートフィルムをセットする。ターゲットに500 Vの直流電圧を印加して 360 \AA/min の速度でスパッタリング蒸着を行い、200 \AA の膜厚に蒸着したところ、面抵抗200 Ω/\square のすぐれた導電性フィルムを得た。可視域の光の透過率は80%であつた。

実施例 2

酸化インジウム90重量%、酸化スズ10重量%からなるターゲットを用いて実施例1と同様にしてポリエチレンテレフタレートフィルムをセットした後、200 Wの高周波電力を用いて260 \AA の膜厚に蒸着を行つたところ、面抵抗200 Ω/\square 、可視光透過率77%の透明導電性フ

ルムが得られた。

実施例 3

酸化インジウム 95 重量%, 酸化チタン 5 重量% からターゲットを作成し、実施例 2 と同様にしてポリエチレンテレフタレートフィルム上に 260 \AA の膜厚に蒸着を行つたところ、面抵抗 $500 \Omega/\square$ 、可視光透過率 82 % の透明導電性フィルムが得られた。

実施例 4

酸化インジウム 98 重量%, 酸化タングステン 2 重量% からなるターゲットを用いて実施例 2 と同様の方法でスパッタリングを行い、ポリエチレンテレフタレートフィルム上に 350 \AA の膜厚に蒸着したところ、面抵抗 $700 \Omega/\square$ 、可視光透過率 80 % の透明導電性フィルムを得た。

以上の記載からも明らかなように、本発明に係る方法を用いて透明導電性フィルムを製造すると、均一な低抵抗であり、しかも透光性の高いフィルムを得ることができる。しかも工程も一段階よりなるものであるから、後処理等不要

特開昭59-204625 (3)

であつて、簡単かつ容易に製造を行うことができる。

出願人代理人 古 谷 啓